

PATENT APPLICATION

Applicants : Yuki AKIMOTO et al

Title SINGLE-CRYSTAL FERRITE FINE POWDER

Serial No. : 09/900 769

Group: 1714

Confirmation No.: 7695

Filed : July 6, 2001

Examiner: Unknown

International Application No.: N/A

International Filing Date : N/A

Atty. Docket

No.: Komatsu Case 246

Assistant Commissioner for Patents

Washington, DC 20231

1714
SAH
#3
4-8-02
COPY OF PAPERS
ORIGINALLY FILED
RECEIVED

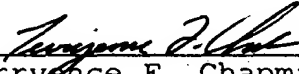
MAR 21 2002

TC 1700

FIRST CLASS MAILING CERTIFICATE

Sir:

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service under 37 CFR 1.8 as first class mail in an envelope addressed to: Assistant Commissioner for Patents, Washington DC 20231, on March 8, 2002.


Terryence F. Chapman

TFC/smd

FLYNN, THIEL, BOUTELL
& TANIS, P.C.
2026 Rambling Road
Kalamazoo, MI 49008-1699
Phone: (616) 381-1156
Fax: (616) 381-5465

Dale H. Thiel
David G. Boutell
Ronald J. Tanis
Terryence F. Chapman
Mark L. Maki
David S. Goldenberg
Sidney B. Williams, Jr.
Liane L. Churney
Brian R. Tumm
Tricia R. Cobb

Reg. No. 24 323
Reg. No. 25 072
Reg. No. 22 724
Reg. No. 32 549
Reg. No. 36 589
Reg. No. 31 257
Reg. No. 24 949
Reg. No. 40 694
Reg. No. 36 328
Reg. No. 44 621

Correspondence: Priority Document Transmittal
dated March 8, 2002
including enclosures listed thereon

190.0112



PATENT APPLICATION

THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

March 8, 2002

Applicants : Yuji AKIMOTO et al
For : SINGLE-CRYSTAL FERRITE FINE POWDER
Serial No. : 09/900 769 Group: 1714
Confirmation No.: 7695
Filed : July 6, 2001 Examiner: Unknown
International Application No. : N/A
International Filing Date : N/A
Atty. Docket No.: Komatsu Case 246
Assistant Commissioner for Patents
Washington, DC 20231

PRIORITY DOCUMENT TRANSMITTAL, AND CLAIM OF PRIORITY


Sir:

Applicants hereby claim the right of priority based on
Japan Serial No. 2000-207171, filed July 7, 2000.

Enclosed are:

- [X] A certified copy of the priority application in
support of the claim of priority.
- [X] Acknowledgment Postal Card.

Respectfully submitted,


Terryence F. Chapman

TFC/smd

FLYNN, THIEL, BOUTELL	Dale H. Thiel	Reg. No. 24 323
& TANIS, P.C.	David G. Boutell	Reg. No. 25 072
2026 Rambling Road	Ronald J. Tanis	Reg. No. 22 724
Kalamazoo, MI 49008-1699	Terryence F. Chapman	Reg. No. 32 549
Phone: (616) 381-1156	Mark L. Maki	Reg. No. 36 589
Fax: (616) 381-5465	David S. Goldenberg	Reg. No. 31 257
	Sidney B. Williams, Jr.	Reg. No. 24 949
	Liane L. Churney	Reg. No. 40 694
	Brian R. Tumm	Reg. No. 36 328
	Tricia R. Cobb	Reg. No. 44 621

Encl: Listed above

122.0112

RECEIVED
MAR 21 2002
TC 1700



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

Inventors: Yuji AKIMOTO et al
U.S. Serial No.: 09/900 769
U.S. Filing Date: July 6, 2001

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 7月 7日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-207171

出 願 人
Applicant(s):

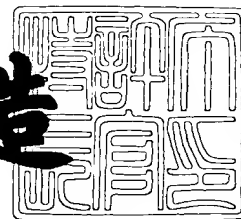
昭栄化学工業株式会社
ティーディーケイ株式会社

RECEIVED
MAR 21 2002
TC 1700

2001年 6月22日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3059266

【書類名】 特許願

【整理番号】 SC0003

【提出日】 平成12年 7月 7日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01F 1/36
C01G 49/02

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号 昭栄化学工業株式会社内

【氏名】 秋本 裕二

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号 昭栄化学工業株式会社内

【氏名】 永島 和郎

【発明者】

【住所又は居所】 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号 昭栄化学工業株式会社内

【氏名】 池本 政博

【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

【氏名】 高谷 稔

【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

【氏名】 赤地 義昭

【発明者】

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 ティーディーケイ株式会社内

【氏名】 小更 恆

【特許出願人】

【識別番号】 000186762

【氏名又は名称】 昭栄化学工業株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 000003067

【氏名又は名称】 ティーディーケー株式会社

【代理人】

【識別番号】 100070600

【弁理士】

【氏名又は名称】 横倉 康男

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 068402

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶フェライト微粉末

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 平均粒径が $0.1 \sim 30 \mu\text{m}$ であり、粒子形状が球状でかつ単結晶であることを特徴とするフェライト微粉末。

【請求項 2】 球形度が $0.95 \sim 1$ の範囲である請求項 1 に記載のフェライト微粉末。

【請求項 3】 噴霧熱分解法により得られた請求項 1 または 2 に記載のフェライト微粉末。

【請求項 4】 平均粒径が $0.3 \sim 30 \mu\text{m}$ である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載のフェライト微粉末。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、微細で優れた磁気特性を有する球状の単結晶フェライト粉末に関する。

【0002】

【従来の技術】

一般式 $M\text{Fe}_2\text{O}_4$ または $M\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ （ M は1種または2種以上の二価の金属イオン）で表わされるスピネル型またはマグネトプランバイト型フェライト、あるいは $M'_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ （ M' は三価の金属イオン）で表わされるフェライトや、 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ で表わされるリチウムフェライトは、優れた磁気特性を有する磁性材料として様々な用途に使用されている。

【0003】

例えば Fe_3O_4 、 NiFe_2O_4 、 MnFe_2O_4 、 $(\text{Ni}, \text{Zn})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 、 $(\text{Mn}, \text{Zn})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 、 CoFe_2O_4 等のソフトフェライトは、高透磁率と低保磁力、低損失が要求される軟磁性材料としてインダクタやトランス、フィルタの磁心、磁気ヘッドコア、磁気シールド材などに使われており、また磁歪材料としても利用される。結晶磁気異方性の大きい $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ やバリウムフェライト

などは、永久磁石材料や高密度磁気記録材料として用いられる。

【 0 0 0 4 】

これらの用途において、種々の性状のフェライト粉末が原料として使用されるが、望ましい粒径範囲で優れた磁気特性を有する、真球状かつ微細な単結晶フェライト粉末はこれまで知られていない。

例えば、最も一般的に使用されているフェライト粉末は、構成成分金属の酸化物や炭酸塩等を混合し、千数百℃を超える高温で長時間熱処理して得られた複合酸化物を破砕する固相反応法（焼結法）によって製造されるものであるが、この方法で得られるフェライト粉末は、凝集性の強い、不定形が多結晶粉末である。実質的に単結晶粉末となるまで微粉砕することも不可能ではないが、角張った不定形粉末になる。例えば特開平9-48618号公報には、焼結法によりマグネトプランバイト型フェライトの単結晶粉末を製造することが記載されているが、これはさまざまな形状の角張った多面体粉末である。

【 0 0 0 5 】

特公昭47-11550号公報、特公昭63-17776号公報、落合達四郎「鉄・マンガン溶液の共培焼法によるフェライト材料製造プロセスの開発、事業化」（「粉体及び粉末冶金」第45巻第7号第624頁）等に記載されている噴霧培焼法は、原料に成分金属の塩化物、酸化物、硝酸塩などを用い、その溶液または懸濁液を噴霧して熱分解を行うことにより微細なフェライト粉末を得るものである。この熱分解反応は通常1000℃以下の温度で行われており、生成するフェライト粉末は、多面体または不定形が多結晶粉末である。条件により球状になる場合もあるが、結晶性は低い。

【 0 0 0 6 】

水熱合成法等の湿式法や、気相反応法でも球状かつ単結晶の微粉末を製造することについての報告はない。特に気相反応法では極めて微細な超微粉末を製造することが可能であるが、平均粒径0.1～30 μm 程度の球状かつ単結晶の微粉末を得ることは知られていない。

さらに特開平9-169523号公報には、気相成長により製造された平均粒径が0.1 μm 以上で、その飽和磁化値の焼成体の飽和磁化値に対する比が70%以上である

フェライト微粉末が記載されている。このフェライト微粉末は、各種の成形方法により成形した後、更に焼成を行うことにより最終的な磁気特性を得て使用される、中間原料として利用されるものである。この微粉末は、金属塩化物水溶液を燃焼炎中に噴霧し、1000℃以下の温度で熱分解させる工程において原料の金属塩化物を蒸発させ、気相で析出した酸化鉄を核としてスピネル単結晶を気相成長させることにより製造されるものであり、具体的には複雑な工程制御により平均粒径が $0.1\mu\text{m}$ 程度の磁気特性の良い微粒子を得ることが述べられている。しかしこのような方法では、上述の気相反応法と同様、球形、単結晶を保ったまま大きな粒子に成長させることは困難であり、平均粒径 $0.1\sim 30\mu\text{m}$ 、とりわけ $0.3\sim 30\mu\text{m}$ の範囲で球状かつ単結晶の微粉末を得ることはできない。

【0007】

またフェライトを溶融して液相からバルク状単結晶を作製し、これを球状研磨加工して単結晶球体とする技術もあるが、この球体は通常 0.5mm 以上の大きなものであり、用途が限定されている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

磁性体を製造する際、原料のフェライト粉末の物性制御は極めて重要である。

例えばコイルやトランスのコアに使用されるソフトフェライトでは、駆動磁界を小さくするために保磁力(H_c)が小さいこと、磁化曲線における直線性が良好でヒステリシスが小さいことが必要である。また近年、より大きなインダクタンス値と優れた高周波特性を得るために、磁性材料の高透磁率化、低損失化、周波数特性の改善など電気、磁気特性の改善が強く要求されている。このためにはフェライト粉末の磁気特性や、形状、粒径及び反応性などの物性を向上することが非常に重要である。具体的には結晶粒界や不純物による影響の少ない単結晶構造で、かつ凝集性がなく、分散性と充填性に優れた球状微粉末が望まれる。

【0009】

また特に成形、焼結プロセスにより焼結コアや永久磁石を製造する場合は、原料が不定形の多結晶粉末であると、局部的異常粒成長を起こしたり、組成の不均一を生じたりしやすく、優れた磁気特性と機械的強度を有する緻密な高性能フェ

ライト焼結体を得られない。他方、フェライト粉末を樹脂やゴム等の高分子材料で固めて圧粉成形コアなどを製造する場合、成形、焼結工程を経ずに良好な磁気特性を有する最終製品を得るために、粉末自身が優れた磁気特性を有すること、また、特性のばらつきを小さくするために均一分散が可能であること、充填密度をより高くできることも重要である。このため平均粒径が $0.1\sim 30\mu\text{m}$ 程度、特に平均粒径が $0.3\sim 30\mu\text{m}$ の範囲で、凝集がなく、微細で粒度、形状が揃っており、かつ表面活性の低い球状の単結晶粉末を用いることが理想的と考えられる。

【0010】

しかし従来このようなすべての要求を満たす粉末はなく、磁気特性の改善には限界があった。

本発明は、上述の点に鑑み、磁性材料として従来ない優れた粉末物性及び磁気的性質を有する、新規なフェライト微粉末を提供することを目的とする。特にフェライト焼結体の原料や圧粉成形コア用材料として優れた特性を有し、分散性、充填性にも優れ、更には高周波用にも適した磁気特性を有するフェライト微粉末を提供するものである。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明は、平均粒径が $0.1\sim 30\mu\text{m}$ であり、粒子形状が球状かつ単結晶であることを特徴とするフェライト微粉末を要旨とするものである。また本発明は、平均粒径 $0.1\sim 30\mu\text{m}$ でかつ球形度が $0.95\sim 1$ の範囲である球状かつ単結晶のフェライト微粉末を要旨とするものである。更には、噴霧熱分解法で製造された平均粒径 $0.1\sim 30\mu\text{m}$ 、球状かつ単結晶のフェライト微粉末を要旨とするものである。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明のフェライトは、鉄酸化物または、鉄と鉄以外の金属を含む複合酸化物である。鉄と共にフェライトを構成する金属としては、通常フェライトを作るものであれば特に制限はなく、例えばニッケル、亜鉛、マンガン、マグネシウム、ストロンチウム、バリウム、コバルト、銅、リチウム、イットリウムなどが挙げ

られる。本発明のフェライトは、2種以上のフェライトの固溶体も含むものである。

【0013】

代表的なフェライトとしては、 Fe_3O_4 、 NiFe_2O_4 、 MnFe_2O_4 、 CuFe_2O_4 、 $(\text{Ni}, \text{Zn})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 、 $(\text{Mn}, \text{Zn})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 、 $(\text{Mn}, \text{Mg})\text{Fe}_2\text{O}_4$ 、 CoFe_2O_4 、 $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$ 等がある。

本発明でいう「球状」は、表面が平滑な完全な球状のほか、極めて真球に近い多面体も含むものである。即ち本発明の球状微粉末には、Wulffモデルで表わされるような安定な結晶面で囲まれた等方的な対称性を有し、かつ球形度が1に近い多面体粒子も含まれる。本発明でいう「球形度」とは、Wadellの実用球形度、即ち粒子の投影面積に等しい円の直径の、粒子の投影像に外接する最小円の直径に対する比で表わされ、好ましくは0.95～1の範囲である。球形度が0.95より小さいと、例えば圧粉成形コア等の成形体の成形時において、粉末の均一な分散が困難となり、磁気特性のばらつきを生じる原因となるなど、所望の特性が得られない。

【0014】

本発明のフェライト微粉末の平均粒径は0.1～30 μm の範囲である。これより平均粒径が小さいと成形密度を上げることが難しい。特に平均粒径0.3 μm 以上では、圧粉成形体の製造において静水圧等方プレス法のような特殊な成形方法をとることなく高い成形密度を得ることが可能となり、これにより比較的容易に圧粉成形体における磁気特性、特に透磁率の向上を図れるようになるので、好ましい。

【0015】

本発明のフェライト微粉末は、噴霧熱分解法で有利に製造される。即ち、フェライトを構成する少なくとも1種の金属の化合物を含む溶液または懸濁液を微細な液滴とし、その液滴をおよそ1400℃以上の高温で加熱して該金属化合物を熱分解することにより、0.1～30 μm 程度の平均粒径を有し、極めて真球に近い形状で、凝集のない粒度の揃ったフェライトの単結晶微粉末を得る。所望により更にアニーリング処理を施してもよい。生成粉末の粒径は噴霧条件等のプロセス制御

により容易にコントロールできる。加熱温度は、組成にもよるが1400℃より低いと球状かつ単結晶の粉末が得られない。真球性のより高い単結晶微粉末を得るためには、熱分解を目的とするフェライトの融点近傍またはそれ以上の温度で行うことが望ましい。本法によれば特に0.3～30 μ m程度の平均粒径を有し、個々の粒子の球形度が0.95～1である球状単結晶フェライト微粉末を容易に製造することができる。

【0016】

出発金属化合物としては、フェライトを構成する金属元素の硝酸塩、硫酸塩、塩化物、炭酸塩、アンモニウム塩、リン酸塩、カルボン酸塩、金属アルコラート、樹脂酸塩、これらの複塩や錯塩、酸化物コロイド等などの熱分解性の化合物を適宜選択して使用することができる。これらの化合物を、水や、アルコール、アセトン、エーテル等の有機溶剤あるいはこれらの混合溶剤中に溶解するかまたは懸濁させ、その溶液または懸濁液を超音波式、二流体ノズル式等の噴霧器により微細な液滴とする。熱分解時の雰囲気は、目的とするフェライトの種類に応じて酸化性雰囲気、還元性雰囲気または不活性雰囲気が適宜選択される。

【0017】

【実施例】

次に、実施例及び比較例により本発明を具体的に説明する。

実施例1

硝酸鉄九水和物、硝酸マンガン六水和物及び硝酸亜鉛六水和物を、酸化物換算のモル比で $\text{Fe}_2\text{O}_3:\text{MnO}:\text{ZnO}=52:38:10$ となるように混合し、この混合物をフェライト複合酸化物としてのモル濃度が1 mol/lとなるように水に溶解して原料溶液とした。この溶液を、超音波噴霧器を用いて微細な液滴とし、窒素をキャリアガスとして、電気炉で1600℃に加熱されたセラミック管中に供給した。液滴は加熱ゾーンを通過して熱分解され、マンガン及び亜鉛を含むフェライト複合酸化物微粉末を生成した。なおキャリアガス流量により、加熱ゾーンでの液滴あるいは生成粉末の滞留時間が1～10秒程度となるように調節した。

【0018】

得られた粉末について、蛍光X線分析装置を用いて組成を調べ表1に示した。

分析では亜鉛成分が若干少ないが、これは蒸気圧が高いため高温での熱分解時減量するためと考えられる。X線回折計による同定を行ったところ、単一のスピネル相の鋭い回折線が確認された。またFE-SEMで観察を行ったところ、この粉末は凝集がなく、粒径 $0.1\sim 10\mu\text{m}$ 程度で極めて真球状に近い微粒子からなっており、平均粒径は約 $1.5\mu\text{m}$ 、球形度は約1であった。個々の粒子を詳細に観察すると、粒子表面全体にわたって対称性を持った結晶面のファセットがみられ、粒子内に粒界を含まない単結晶粒子であることがわかった。この粉末のFE-SEM写真を図1に示す。さらにTEMによる電子線回折でこの粉末の結晶構造を調べたところ、図2の写真に見られるように単結晶特有の規則性のある構造が確認できた。

【0019】

次に粉末の磁気特性を調べるため、振動磁力計により飽和磁束密度(B_s)、保磁力(H_c)およびヒステリシス曲線の測定を行った。結果は表1及び図3に示す。また、この粉末に対して水を10重量%添加し、金型を用いて加圧成形を行い、外径23.5mm、内径11.6mm、高さ4.5mmのリング状コアを作製し、 100°C で2時間乾燥後、巻線を3回施して比透磁率(μ')と $Q(=1/\tan\delta)$ の周波数特性を測定した。結果を図4(a)、(b)にそれぞれ示した。

【0020】

比較例1

固相反応法(焼結法)により実施例1と同様な組成のマンガン及び亜鉛を含むフェライト複合酸化物を作製し、破碎して平均粒径約 $2.5\mu\text{m}$ の微粉末を得た。この粉末(以下破碎粉末という)は図5のSEM写真に示されるように、形状が均一でなく不定形で、かつ粒度分布の非常に大きい多結晶粒子からなっていた。蛍光X線分析による組成分析の結果と、振動磁力計による B_s 、 H_c の測定結果を表1に示す。ヒステリシス曲線は図3に併せて示した。また実施例1と同様にリング状コアを作製して μ' と Q の周波数特性を測定し、図4(a)、(b)に併せて示した。

【0021】

実施例1と比較例1の磁気特性を比較すると、実施例1の球状単結晶粉末では

、比較例 1 の破碎粉末に比べて飽和磁束密度は変わらないものの保磁力が約 30% も小さい。即ち本発明ではヒステリシス損が小さく、低駆動磁界が可能となった。またヒステリシス曲線を比べると、直線性は明らかに球状単結晶粉末の方が優れていた。更に実施例 1 では、周波数特性を損なうことなく μ' と Q が大幅に改善されていることがわかる。

【 0 0 2 2 】

なお、比較例 1 の粉末は、実施例 1 の粉末に比べて表面活性が高いため粉末の凝集が起き易くなり、樹脂への充填性が悪かった。

実施例 2

キャリアガスとして空気を用いる以外は実施例 1 と同様にして、マンガン及び亜鉛を含むフェライト複合酸化物微粉末を製造した。

【 0 0 2 3 】

得られた粉末は実施例 1 と同様、平均粒径約 $1.5 \mu\text{m}$ 、球形度約 1 の真球状であり、電子線回折により単結晶であることが確認できた。

次に実施例 1 と同様にして粉末の組成及び B_s 、 H_c 、ヒステリシス曲線を調べ、組成、 B_s 及び H_c は表 1 に、またヒステリシス曲線は図 6 に示した。なお比較のため、図 6 には比較例 1 の破碎粉末のヒステリシス曲線も併せて示した。

【 0 0 2 4 】

【表 1】

表 1

	実施例 1	実施例 2	比較例 1
組成 (mol%)			
Fe_2O_3	52.6	52.5	52.0
MnO	40.6	40.1	38.0
ZnO	6.8	7.4	10.0
飽和磁束密度 B_s (G)	3970	3880	4005
保磁力 H_c (Oe)	0.071	0.073	0.108

【 0 0 2 5 】

実施例 3

硝酸鉄九水和物、硝酸ニッケル六水和物及び硝酸亜鉛六水和物を、酸化物換算のモル比でほぼ $\text{Fe}_2\text{O}_3 : \text{NiO} : \text{ZnO} = 49 : 23 : 28$ となるように混合し、この混合物をフェライト複合酸化物としての濃度が 1 mol/l となるように水に溶解して原料溶液とした。この溶液を、超音波噴霧器を用いて微細な液滴とし、キャリアガスとして空気を用いる以外は実施例1と同様にして、ニッケル及び亜鉛を含むフェライト複合酸化物微粉末を製造した。

【0026】

得られた粉末は、図7のFE-SEM写真に見られるように、実施例1と比較すると粉末表面のファセットが幾分発達しているものの、やはり粒径 $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ 程度の球状単結晶微粉末からなるものであった。平均粒径は約 $1.5 \mu\text{m}$ 、球形度は約0.98であった。さらにTEMによる電子線回折でこの粉末の結晶構造を調べたところ、図8の写真に見られるように単結晶特有の規則性のある構造が確認できた。

【0027】

次に実施例1と同様にして組成及び磁気特性を調べ、結果を組成、 B_s 、 H_c は表2に、ヒステリシス曲線は図9に、また圧粉コアの μ' と Q の周波数特性は図10(a)、(b)にそれぞれ示した。

比較例2

固相反応法により実施例3と同様なニッケル及び亜鉛を含むフェライト複合酸化物を作製し、破碎して平均粒径約 $2.5 \mu\text{m}$ の粉末を得た。この破碎粉末は形状が不均一な不定形であり、かつ粒度分布の大きい多結晶粉末からなっていた。実施例3と同様にして組成及び磁気特性を調べ、結果を表2、図9、図10(a)(b)に併せて示した。

【0028】

実施例3と比較例2の磁気特性の比較から明らかなように、球状単結晶粉末の方が、破碎粉末に比べて保磁力が約20%も小さくなっており、ヒステリシス曲線の直線性も優れている。また実施例3では μ' と Q が大幅に改善されている。

実施例4

硝酸鉄九水和物、硝酸ニッケル六水和物及び硝酸亜鉛六水和物の混合比を、酸

化物換算のモル比ではほぼ $\text{Fe}_2\text{O}_3 : \text{NiO} : \text{ZnO} = 59.5 : 28 : 12.5$ とする以外は実施例 3 と同様にして、ニッケル及び亜鉛を含むフェライト複合酸化物微粉末を製造した。

【0029】

得られた粉末は平均粒径約 $1.5 \mu\text{m}$ 、球形度約 0.98 の球状粉末であり、電子線回折により単結晶であることが確認された。

次に実施例 3 と同様にして粉末の組成及び B_s 、 H_c 、ヒステリシス曲線を調べ、組成、 B_s 及び H_c は表 2 に、またヒステリシス曲線は図 11 に示した。比較のため、図 11 には比較例 2 の破碎粉末のヒステリシス曲線も併せて示した。

【0030】

【表 2】

表 2

	実施例 3	実施例 4	比較例 2
組成 (mol%)			
Fe_2O_3	50.3	61.3	49.3
NiO	27.0	26.8	23.2
ZnO	22.7	11.9	27.5
飽和磁束密度 B_s (G)	3700	3950	3630
保磁力 H_c (Oe)	0.076	0.082	0.095

【0031】

実施例 5

原料化合物として硝酸鉄九水和物のみ用い、キャリアガスとして窒素を用いる以外は実施例 1 と同様にして、 Fe_3O_4 微粉末を製造した。

【0032】

得られた粉末は、平均粒径約 $10 \mu\text{m}$ 、球形度約 0.97 の球状単結晶粉末であった。FE-SEM 写真を図 12 に示す。

【0033】

【発明の効果】

本発明の新規な球状のフェライト単結晶微粉末は、従来のものと比較して粉末の物性即ち形状および表面状態において格段に優れており、また電気磁気特性においても透磁率と損失とを大幅に改善することができ、磁性材料として極めて有用なものである。

【 0 0 3 4 】

即ち本発明のフェライト球状単結晶微粉末を用いて作製した圧粉成形コアは従来の破碎粉末などを用いて作製したものに比べて、コイルやトランスの磁心として使用したとき、より大きなインダクタンス値を得ることができ、かつ広い周波数領域で損失が小さいという特徴を有する。

また樹脂等の分散媒体中への分散性が極めて優れており、高密度充填が可能である。焼結体原料として用いた場合にも、均質かつ緻密な焼結体を得ることができるため、極めて優れたものである。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

実施例 1 で得られた本発明のフェライト微粉末の F E - S E M 写真である。

【図 2】

実施例 1 で得られた本発明のフェライト微粉末の電子線回折図である。

【図 3】

実施例 1 で得られた本発明のフェライト粉末及び比較例 1 で得られた従来のフェライト破碎粉末のヒステリシス曲線である。

【図 4】

(a) は実施例 1 及び比較例 1 で得られたコアの比透磁率 (μ') の周波数による変化を表わすグラフ、 (b) は同じく Q の周波数による変化を表わすグラフである。

【図 5】

比較例 1 で得られた従来のフェライト粉末の S E M 写真である。

【図 6】

実施例 2 で得られた本発明のフェライト粉末及び比較例 1 で得られた従来のフェライト破碎粉末のヒステリシス曲線である。

【図 7】

実施例 3 で得られた本発明のフェライト微粉末の F E - S E M 写真である。

【図 8】

実施例 3 で得られた本発明のフェライト微粉末の電子線回折図である。

【図 9】

実施例 3 で得られた本発明のフェライト粉末及び比較例 2 で得られた従来のフェライト破碎粉末のヒステリシス曲線である。

【図 1 0】

(a) は実施例 3 及び比較例 2 で得られたコアの比透磁率 (μ') の周波数による変化を表わすグラフ、 (b) は同じく Q の周波数による変化を表わすグラフである。

【図 1 1】

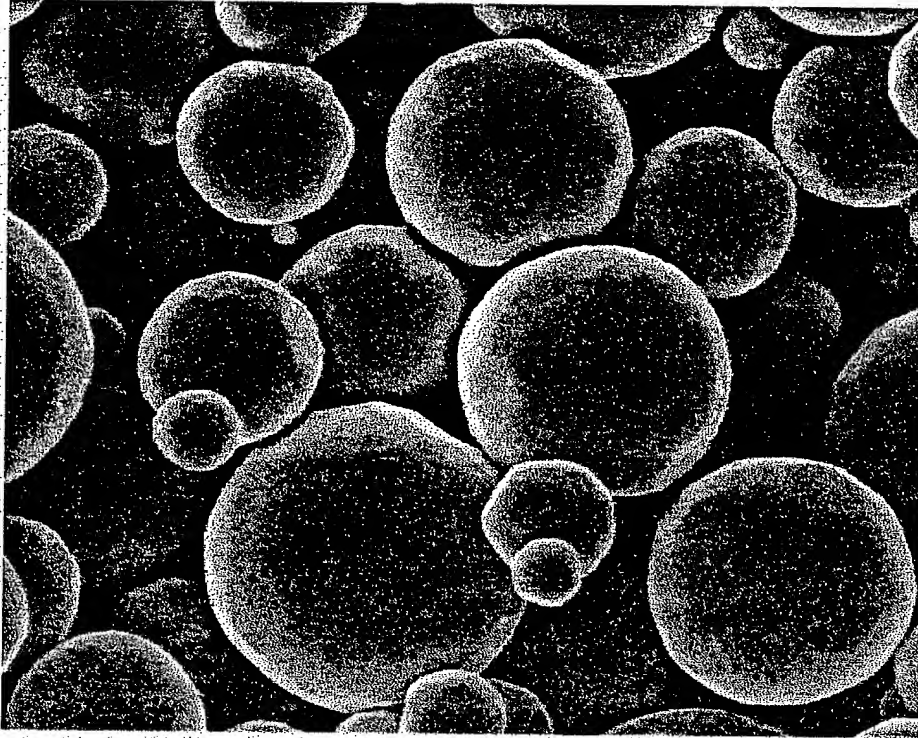
実施例 4 で得られた本発明のフェライト粉末及び比較例 2 で得られた従来のフェライト破碎粉末のヒステリシス曲線である。

【図 1 2】

実施例 5 で得られた本発明のフェライト微粉末の F E - S E M 写真である。

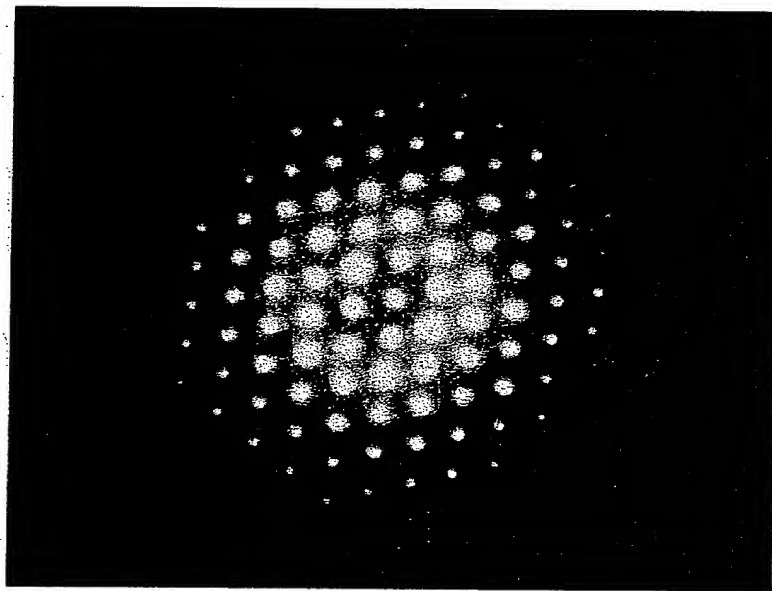
【書類名】 図面

【図1】



1 μm

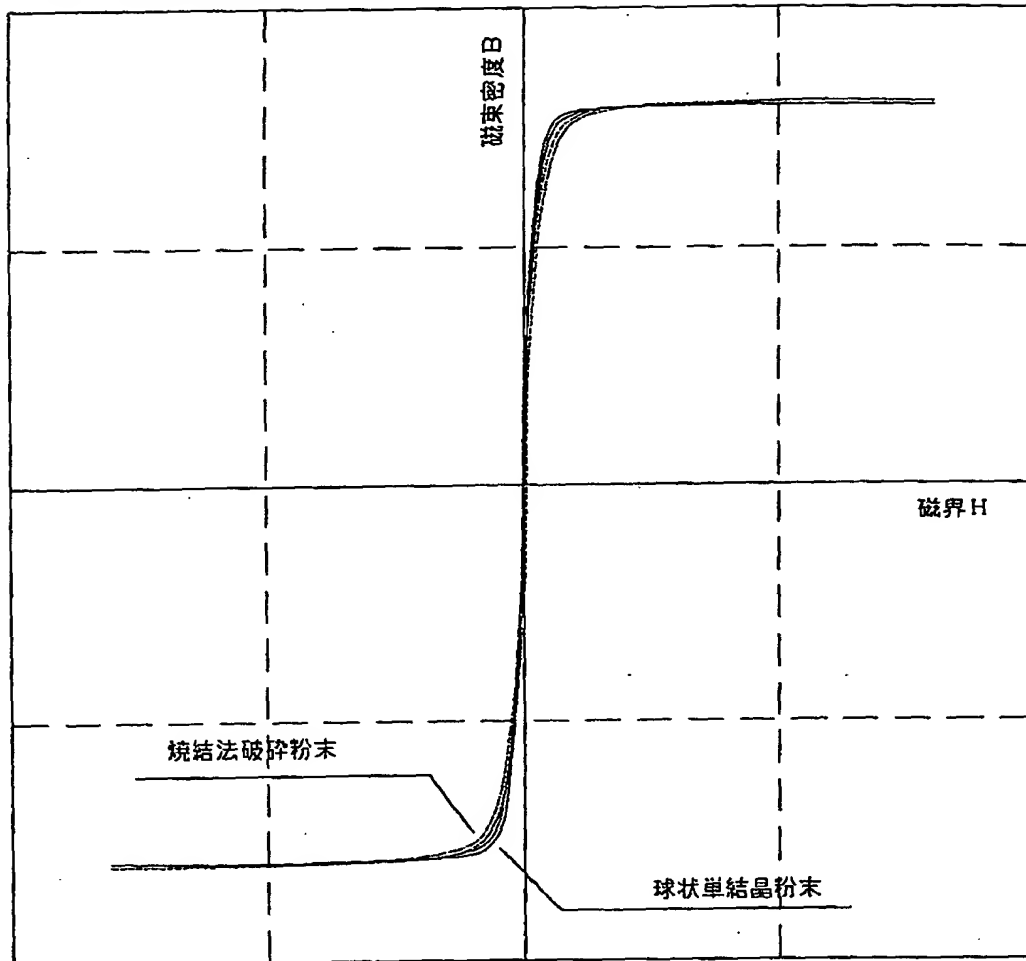
【図 2】



Mn/Znフェライト単結晶粉制限視野電子回折

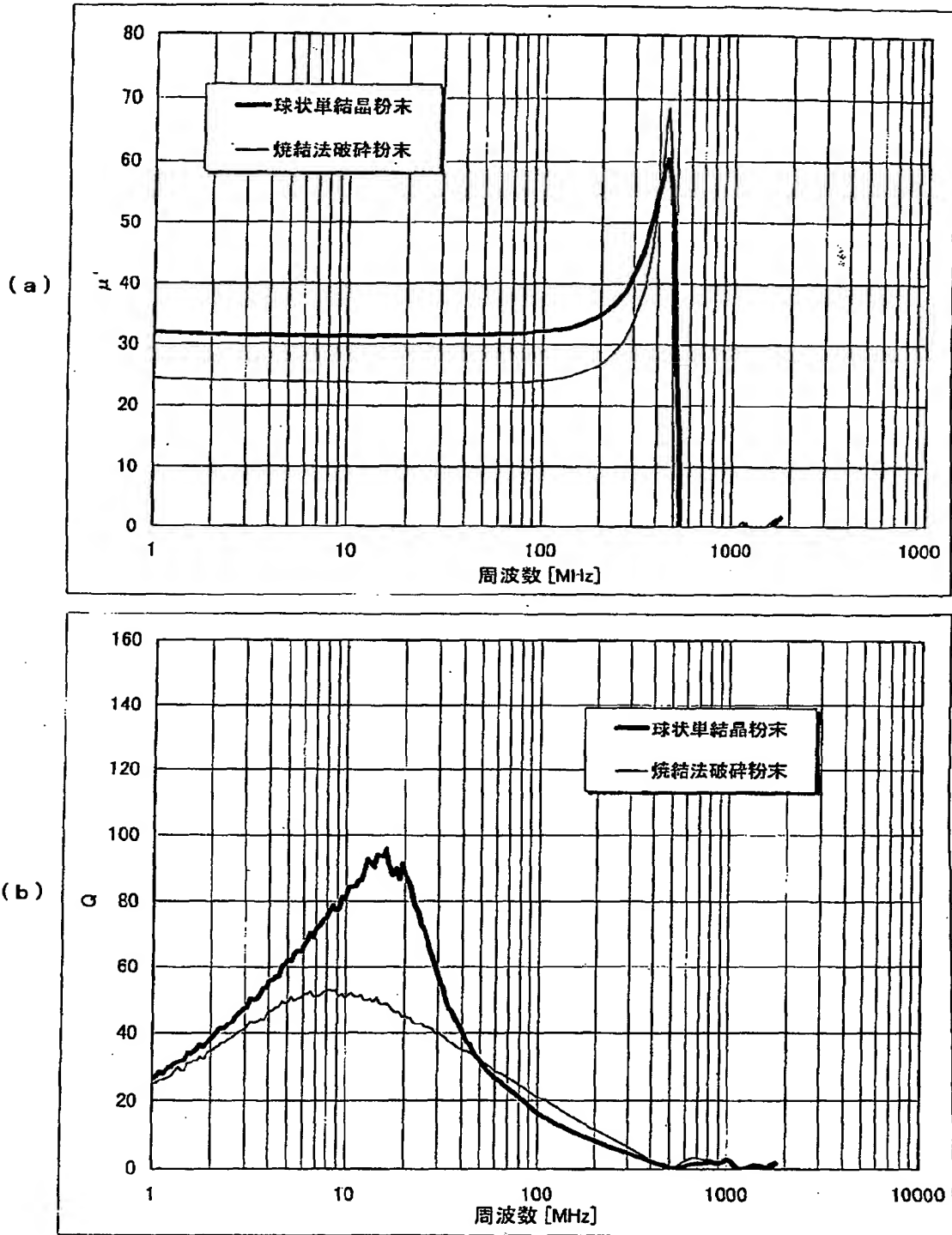
【図3】

Mn-Zn系（実施例1と比較例1の比較）

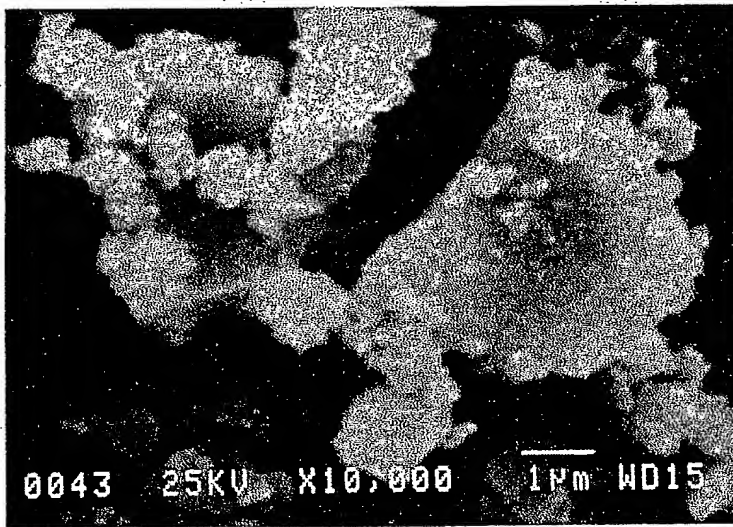


【図 4】

Mn-Zn系フェライト

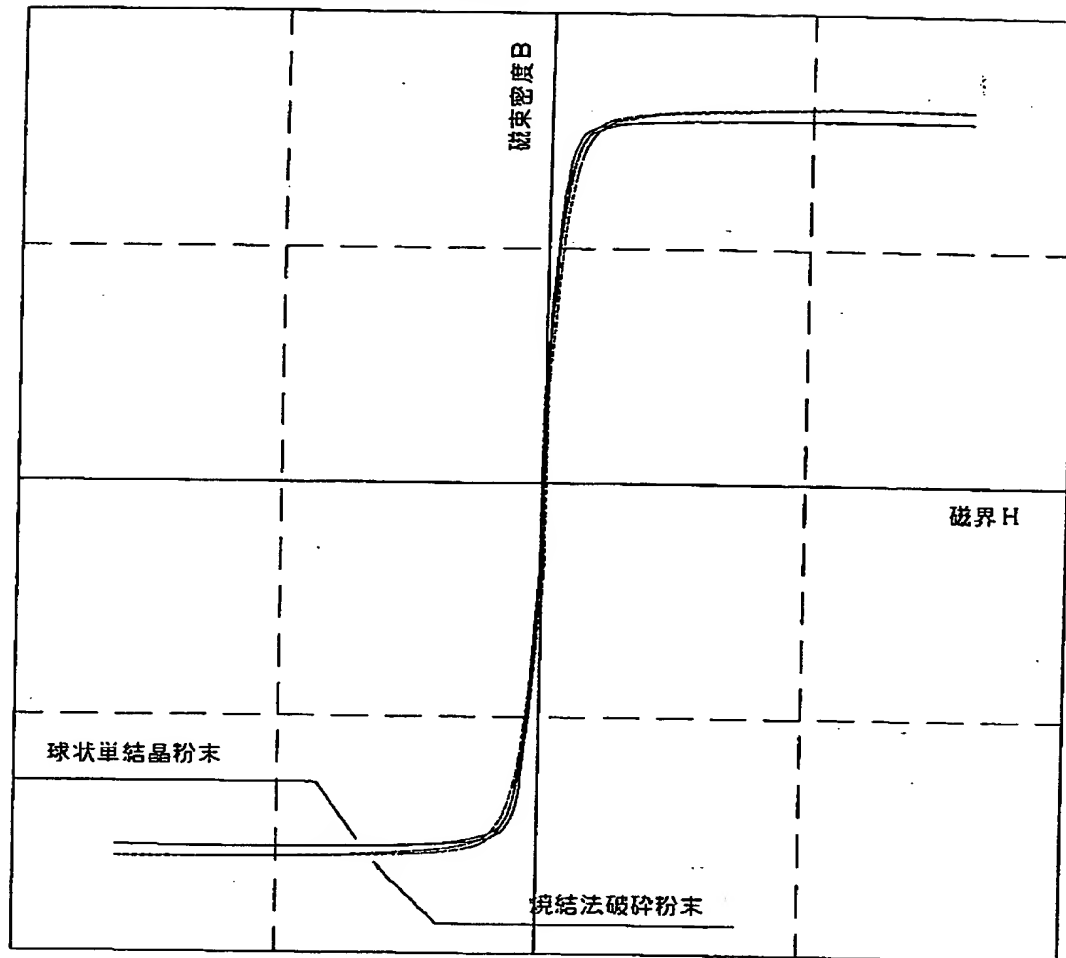


【図5】

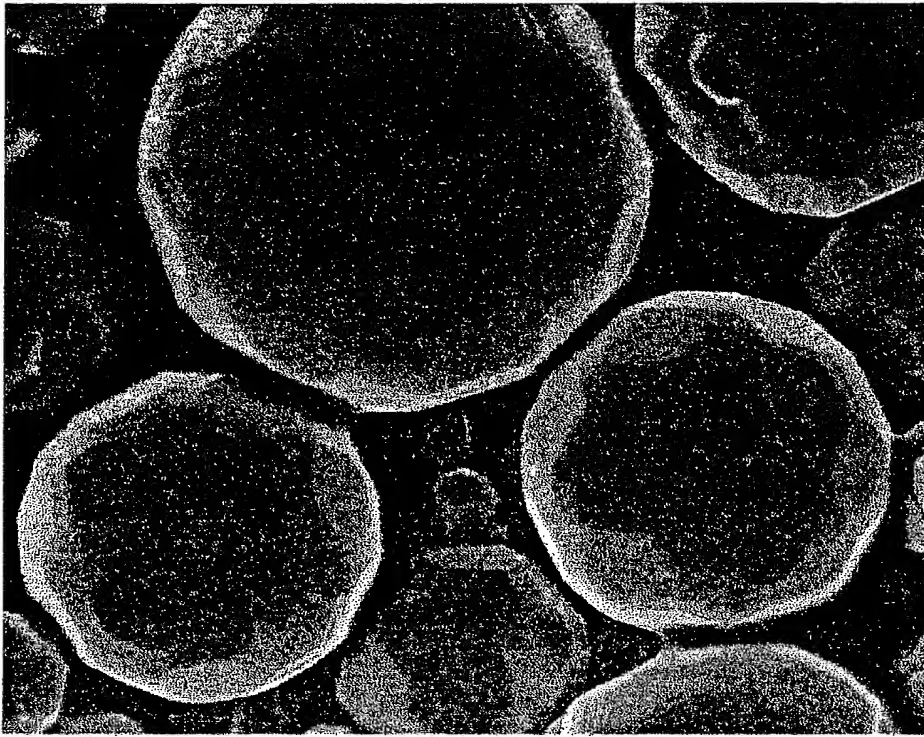


【図 6】

Mn-Zn系（実施例2と比較例1の比較）

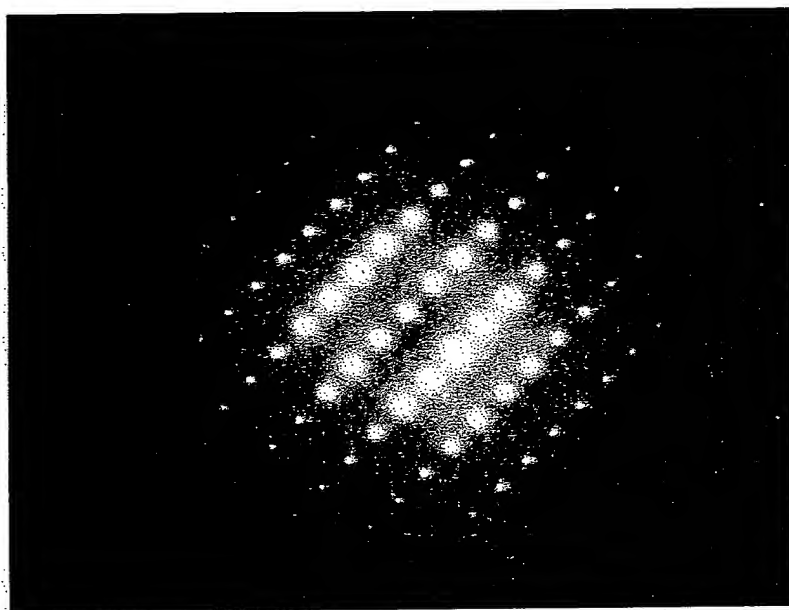


【図 7】



1 μ m

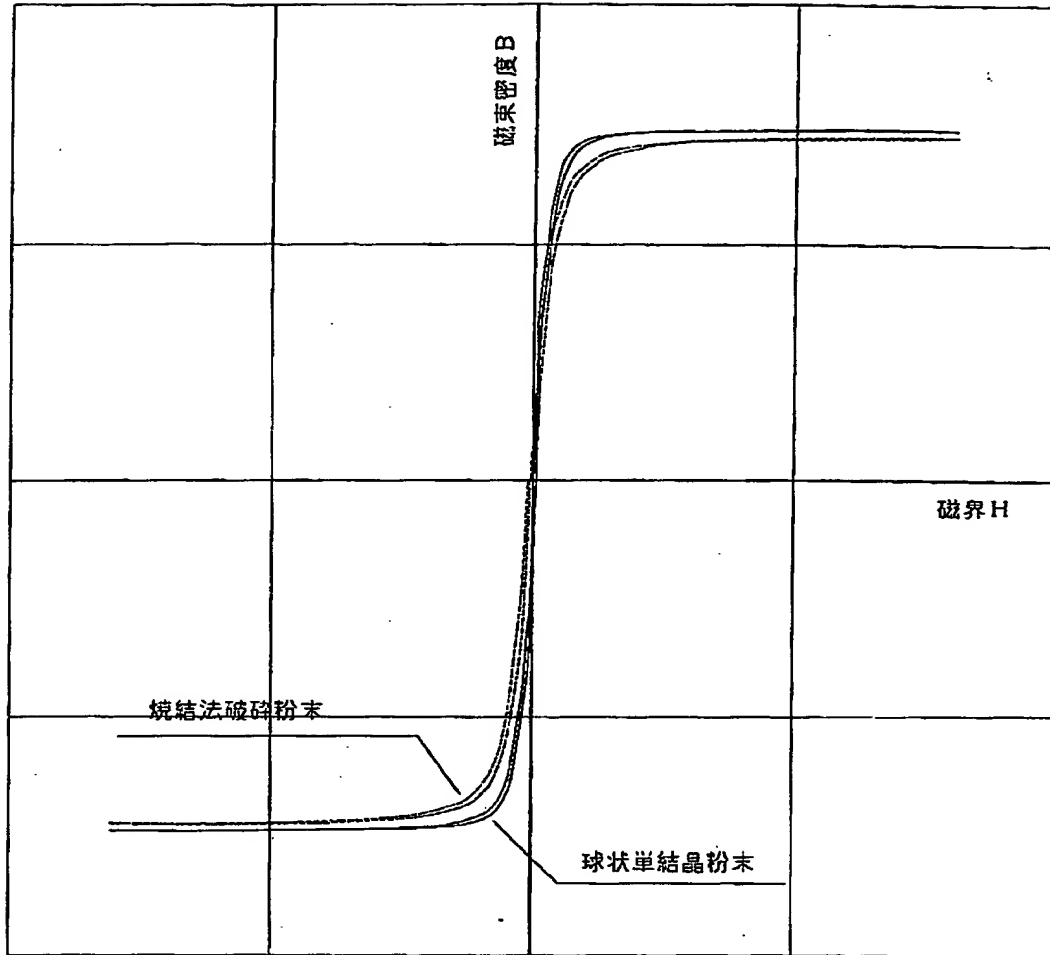
【図 8】



Ni/Znフェライト単結晶粉制限視野電子回折

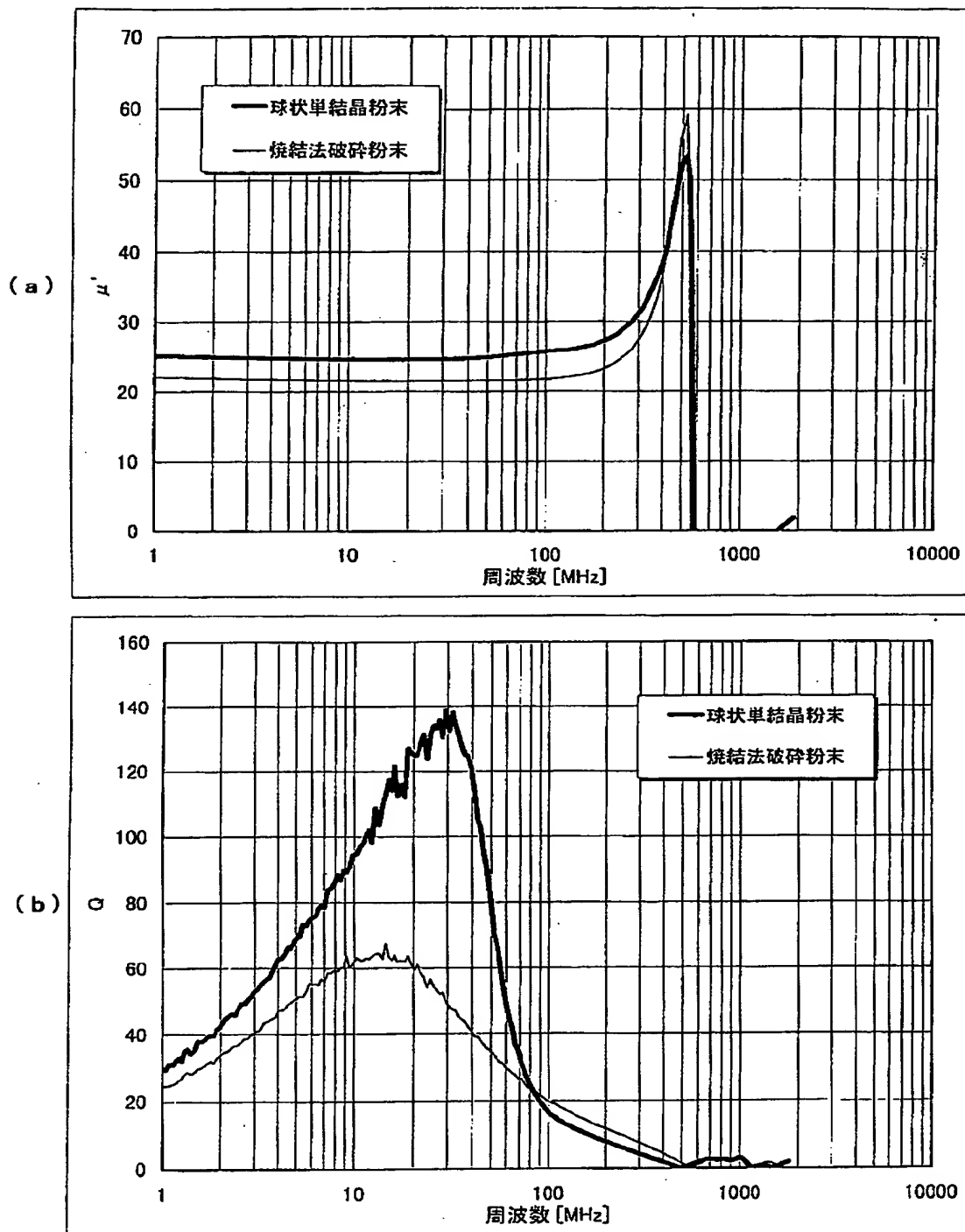
【図 9】

Ni-Zn系（実施例3と比較例2の比較）

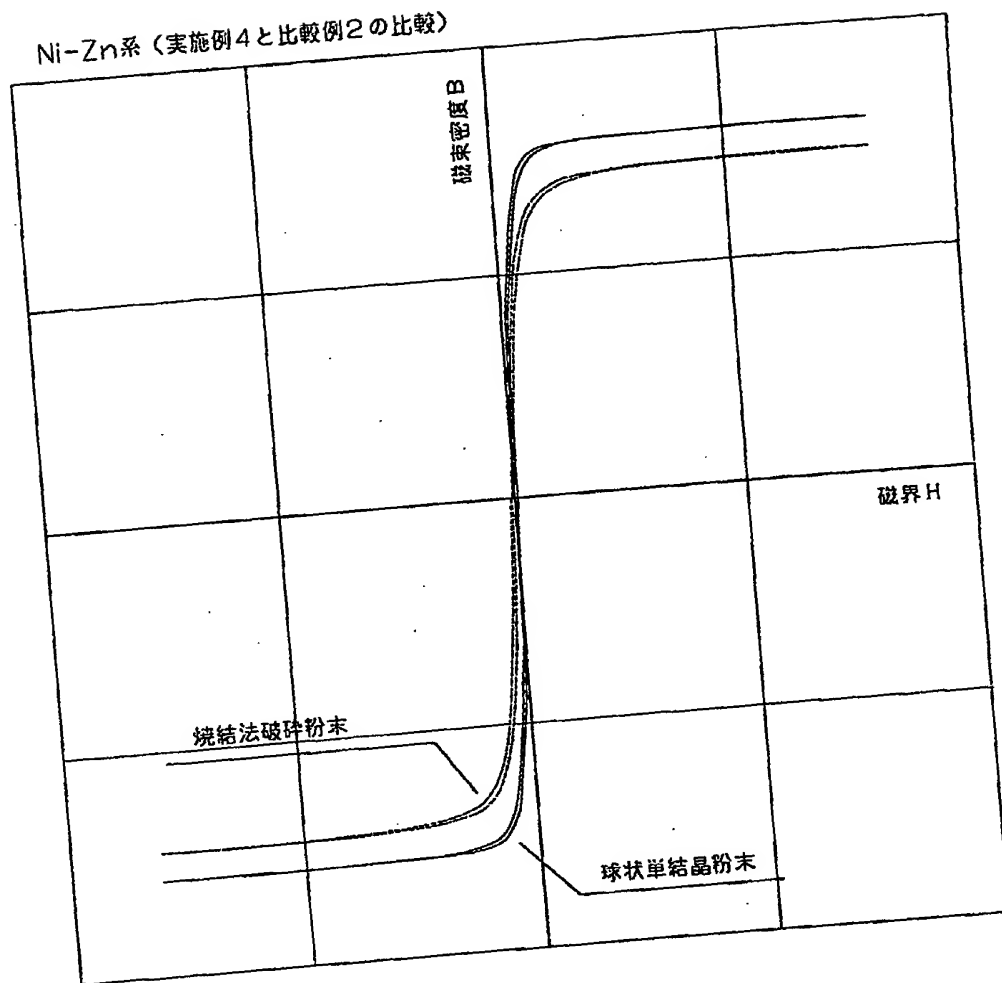


【図 10】

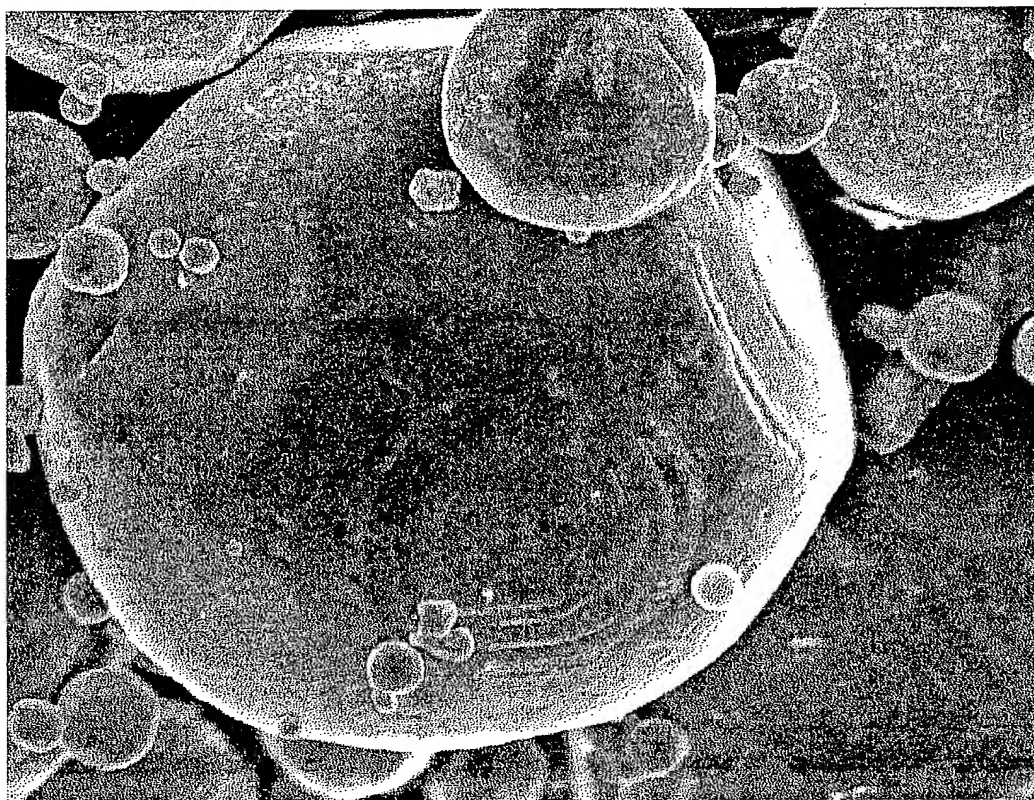
Ni-Zn系フェライト



【図 1 1】



【図 1 2】



5 μ m

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 磁性材料として優れた粉末物性と磁氣的性質を有するフェライト粉末を提供する。

【解決手段】 平均粒径 0. 1 ~ 3 0 μ m の球状単結晶フェライト微粉末。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000186762]

1. 変更年月日	1990年 8月 8日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都新宿区西新宿2丁目1番1号
氏 名	昭栄化学工業株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003067]

1. 変更年月日 1990年 8月30日
[変更理由] 新規登録
住 所 東京都中央区日本橋1丁目13番1号
氏 名 ティーディーケイ株式会社